CONCENTRATION PONDÉRALE D'UN AÉROSOL

Substances mesurables et conditions de prélèvement

Fraction prélevée	Débit (L/min)	Système de prélèvement	Substances	VME (mg/m^3)
Collectée[(1)] cf. fiche H_2	2	Cassette fermée	Bois (poussières de)	1[(2)]
Inhalable cf. fiche H_1, H_2 et H_4	2 ou 10	Capsule dans une cassette fermée[(3)] ou cassette IOM ou CIP10 I[(4)]	Noir de carbone Fumées de soudage (totalité des particules) Glycérine (aérosols de) Kaolin Poussières réputées sans effet spécifique …	3,5 5 10 10 10
Alvéolaire[(4)] cf. fiche H_1, H_3 et H_4	1,7 ou 10	Cassette + cyclone 10 mm ou CIP10 R[(4)]	Silice Graphite Poussières réputées sans effet spécifique	cf. fiche 049 2 5
Thoracique[(4)] cf. fiche H_1, H_4 et H_5	7,4 7 7	Cassette ouverte sur élutriateur type Sierra ou tête CATHIA ou CIP10 T[(4)]	Coton (fibres de) Lin (fibres de) Chanvre (fibres de) Fibres végétales (toutes sortes, non déjà citées par ailleurs)…	0,2 0,2 0,2 0,5
Maximale collectée	25	Tête AFNOR	-	-

(1) *La cassette porte-filtre utilisée en configuration fermée (orifice nominal 4 mm) et munie d'un filtre seul permet de déterminer la masse d'aérosol collectée sur ce filtre (ce qui correspond à l'ancienne dénomination de "total dust" dans certains pays anglo-saxons. Ce mode de mesure peut sous-estimer la fraction inhalable notamment en présence de particules > 20 µm (cf. fiches H_1 et H_2) mais est adapté lorsqu'il s'agit de comparer le résultat à une valeur limite établie à partir de données expérimentales d'exposition basées sur cette méthode (gravimétrie de particules collectées sur le filtre).*

(2) *Voir l'arrêté du 20 décembre 2004 qui fixe la méthode à utiliser (pesée du filtre seul) et le décret n° 2007-1539 du 26 octobre 2007 en ce qui concerne la valeur limite.*

(3) *La cassette porte-filtre utilisée en configuration fermée (orifice nominal 4 mm) et munie d'une capsule interne (par exemple Accu-CapTM) permet d'approcher la fraction inhalable de l'aérosol, en particulier lorsque la granulométrie de l'aérosol n'est pas trop élevée. Elle permet une analyse gravimétrique des poussières qui se déposent sur les parois de la cassette en son absence (cf. fiches H_1 et H_2).*

(4) *Voir la fiche H4 qui précise les limitations d'emploi des échantillonneurs CIP10 (en particulier pour les très fines particules) et la fiche Métropol 085 qui décrit les opérations de préparation des échantillonneurs avant le prélèvement.*

Domaine d'application

- Cette procédure s'applique à toute détermination gravimétrique, sans souci d'identification, d'une masse d'aérosol solide ou liquide prélevé sur tout substrat (filtre, capsule ou mousse) pour les prélèvements de la fraction collectée, alvéolaire, thoracique ou inhalable.
- La norme française X 43-257 (2007) décrit le "Prélèvement d'aérosol à l'aide d'une cassette "fermée" (orifice 4 mm)". Elle préconise l'emploi d'un filtre placé dans une cassette en configuration "fermée" et l'analyse gravimétrique par pesée de la partie de l'aérosol collectée sur ce filtre[(1)]. ***Ces poussières collectées sont celles qui servent de référence pour les poussières de bois ou les brouillards de fluides d'usinage*** *(voir fiche Métropol 099)****, leurs valeurs limites ayant été établies en relation avec cette méthode.***
- Lorsque l'on cherche à effectuer une détermination gravimétrique de la fraction conventionnelle inhalable, pertinente pour de nombreux polluants particulaires, d'autres méthodes d'échantillonnage doivent être envisagées.
- À noter que beaucoup d'échantillonneurs manquent encore d'exactitude et de fidélité pour le prélèvement de cette fraction inhalable ou sont encore incomplètement validés, les écarts avec la fraction inhalable ou les divergences entre échantillonneurs s'aggravant lorsque la taille des particules augmente.
- Pour plus de détails, lire les fiches méthodologiques de la série H.

Principe

- La détermination de la masse d'aérosol prélevé se fait par différence entre la masse du substrat vierge et la masse du substrat après prélèvement.

Remarques

- *Lors de l'utilisation d'une cassette fermée, avec ou sans capsule intérieure, l'orientation de la cassette porte-filtre pendant le prélèvement influe fortement sur le résultat et il est impératif de respecter l'orientation indiquée (plan du filtre parallèle au plan du thorax, axe de la cassette horizontal quand l'opérateur est debout avec l'orifice tourné vers l'avant).*
- *Les variations de masse induites aussi bien par les conditions hygrométriques différentes entre les pesées initiales et les pesées après prélèvement que par les perturbations apportées par la manipulation des substrats lors de leur conditionnement dans des cassettes de prélèvement, sont compensées autant que possible, par la comparaison avec celles des substrats témoins.*
- *Le choix du filtre dépend de la nature de l'aérosol prélevé, de la précision requise et d'éventuelles analyses complémentaires. En ce qui concerne l'analyse gravimétrique, le choix est guidé essentiellement par la sensibilité à l'humidité du matériau envisagé (qui gouverne en grande partie la limite de détection de la méthode) et par la capacité de rétention du filtre (voir annexe 2)*

ou

- *en cas d'utilisation du CIP10, utiliser les mousses vendues avec l'appareil.*

---

(1) De nombreuses études ont montré que ce mode opératoire peut sous-estimer la fraction inhalable des aérosols, surtout lorsque la granulométrie des particules est supérieure à 20 µm. D'autres études ont montré qu'une proportion importante de l'aérosol capté par de telles cassettes se retrouve sur les parois de l'échantillonneur. C'est pourquoi, depuis 2004, la méthode Métropol 002 n'utilise plus le terme.

PRÉLÈVEMENT

Échantillonneur

Système de prélèvement (cassette, tête CATHIA, CIP10, …) contenant :

- soit un filtre en fibre de quartz,
- soit un filtre membrane (PVC, ester de cellulose, PTFE, …) ou en fibre de verre, placé sur un tampon de cellulose pour éviter la déformation du filtre et obtenir une bonne étanchéité.
- soit une coupelle tournante équipée de sa mousse en cas d'utilisation d'un CIP10.

Remarque
Fraction alvéolaire (système cyclone + cassette porte-filtre ∅37 ou 25 mm pour la silice). Si la détermination gravimétrique est suivie d'une analyse directe du filtre (diffraction X) il est nécessaire de repérer la face mate des filtres en PVC (cf. annexe 3).

ANALYSE

Méthode

Détermination gravimétrique des particules de l'aérosol.

MATÉRIEL DE PRÉLÈVEMENT

- CIP10.
- Tachymètre destiné au contrôle de la vitesse de rotation de la coupelle (le débit étant réglé en laboratoire, voir fiches H_4 et 085)

ou

- Pompe de prélèvement capable d'assurer un débit régulé à ± 5 % dans le cas d'un prélèvement sur filtre ou avec une capsule (ou cassette) interne.
- Cassette porte-filtre de Ø 37 ou 25 mm avec filtres en fibre de quartz, en fibre de verre ou membrane supportée par un tampon de cellulose, si nécessaire.
- Dispositif destiné à maintenir l'axe d'aspiration de la cassette horizontal pour un prélèvement à point fixe ou solidaire de l'opérateur (plan du filtre parallèle au plan du thorax) pour un prélèvement individuel our le prélèvement des "particules collectées" (au sens de la X 43-257) (Voir Métropol H_2).
- Tuyau souple de connexion pompe-échantillonneur.
- Débitmètre.

MATÉRIEL ANALYTIQUE

- Balance analytique de sensibilité au moins égale au 1/100^{e} de milligramme. (Pour la fraction alvéolaire, une balance de sensibilité au moins égale au 1/1000^{e} de milligramme est nécessaire).
- Table à pesée sur silentblocs.
- Local propre ne subissant pas de grande variation de température et si possible ventilé par l'introduction d'air filtré après passage sur un filtre très haute efficacité.
- Dispositif pour l'élimination des charges électrostatiques (indispensable pour les membranes en PVC).
- Petit pinceau à poils souples.
- Pinces spéciales filtres.
- Sorbonne à flux laminaire.
- Buvards.
- Etuve.
- Verrerie courante de laboratoire.

RÉACTIFS (qualité analytique)

En cas d'utilisation de membranes en PVC

- Triton X 100 ou équivalent.
- Eau déionisée.

PRÉCAUTIONS PARTICULIÈRES

- Toute manipulation de substrat doit être effectuée avec des pinces spéciales.
- Ne pas interrompre la pesée de substrats provenant d'une même série de prélèvements et toujours intercaler la pesée des substrats témoins dans la série de pesée des autres substrats.
- Respecter le mode d'emploi de la balance, particulièrement en ce qui concerne le temps de stabilisation à la mise en route ou remise en route après extinction, le calibrage éventuel, le réglage du zéro et l'amortissement des oscillations avant lecture.
- Sont pris en compte par les témoins : les variations de température et de degré hygrométrique du local de pesée ainsi que les perturbations liées aux manipulations des substrats.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONNEURS

La préparation des substrats se fait en plusieurs étapes.

OPÉRATIONS PRÉALABLES

Dans le cas de l'utilisation de filtres et de cassettes :

- Débarrasser, si nécessaire, les filtres des éventuelles bavures ou résidus provenant de leur fabrication, par un léger brossage au pinceau.
- Préparer le nombre de cassettes nécessaires. S'il s'agit de cassettes déjà utilisées antérieurement, celles-ci devront être lavées et séchées. Pour les cassettes neuves, vérifier l'absence de bavure et tapoter systématiquement toutes les parties supérieures et inférieures sur le plan de travail afin de les éliminer.
- Les membranes en PVC subissent un traitement préalable afin d'éliminer les charges électrostatiques développées en surface qui peuvent être responsables d'une sous-estimation des particules collectées. Les étapes suivantes sont réalisées :
  - Préparer une solution de tensioactif (Triton X100) à 0,1 % dans de l'eau déionisée. Verser cette solution dans un cristallisoir et immerger les filtres un par un avec une pince en présentant la tranche perpendiculairement à la surface du liquide.
  - Laisser tremper ½ heure.
  - Sortir les filtres et les sécher entre deux buvards ne libérant pas de fibres sous une hotte à flux laminaire pendant au moins 4 heures.
  - Terminer le séchage à l'étuve à 50°C au moins 4 heures.
  - Conditionner ensuite les filtres comme décrit ci-dessous.

Dans le cas de l'utilisation de CIP10, se reporter à la fiche Métropol 085.

- Conditionner les substrats par un séjour d'au moins 12 heures dans le local de pesée, les filtres se trouvant soit déjà dans les cassettes, soit dans des boîtes de Pétri propres. Dans les deux cas, les contenants sont entrouverts pour permettre l'établissement d'un équilibre avec l'atmosphère.

PESÉE DES SUBSTRATS

- Avant la pesée de chaque substrat, s'assurer que la balance est à zéro et procéder à son réglage si nécessaire.
- Neutraliser les charges électrostatiques pour chaque filtre membrane ou chaque capsule en matière électrostatique. Cette phase n'est pas obligatoire en cas d'utilisation de filtres en fibre de quartz ou en fibre de verre ou de cassettes internes métalliques.
- Peser chaque substrat et enregistrer la valeur affichée après amortissement des oscillations (30 s ou 1 min après stabilisation de la balance).
- Toujours intercaler la pesée de substrats servant de témoins dans la série de pesée des autres substrats. Par exemple, pour une boîte de 10 substrats, réaliser les séquences suivantes : 1 2 8 3 4 9 5 6 10 7 ou 1 8 2 3 4 9 5 6 7 10, où les substrats 8, 9 et 10 sont des substrats témoins.

PRÉPARATION DES CASSETTES

- **Filtres en fibre de quartz** : préalablement pesés, ils sont déposés dans les cassettes à l'aide d'une pince.
- **Filtres en fibre de verre ou filtres membranes** : ils sont plus minces et plus fragiles, il convient donc de déposer un tampon en dessous du filtre pour éviter la déformation du filtre et obtenir une bonne étanchéité. Cet élément n'est jamais pesé.

Remarques

- *Lors de l'utilisation de cassettes, il est recommandé de protéger, par un ruban adhésif, les jonctions des différents éléments pour des prélèvements en atmosphère fortement polluée (voir fiche Métropol 003 pour plus de détails).*
- *Il est conseillé de procéder à la vérification de l'étanchéité des cassettes, tout particulièrement pour les filtres membranes (cf. exemples de montage en annexe 3).*
- *Si la détermination gravimétrique est suivie d'une analyse par diffraction X, la membrane est placée dans la cassette de telle façon que sa face la plus rugueuse soit tournée vers le haut (côté prélèvement). Dans le cas de membranes en PVC, cette face est mate. Voir exemples de technique de repérage des faces (appliquée aux filtres type GELMAN GLA 5000) dans l'annexe 4.*

SUBSTRATS TÉMOINS

- Certaines cassettes ne seront pas utilisées durant le prélèvement. Les substrats correspondants serviront de témoins (blancs de terrain) pour estimer les perturbations ayant pu survenir pendant le stockage et les manipulations diverses.
- Il y a en principe au moins trois cassettes témoins par série.
- En cas d'absolue nécessité (manque de substrats suite à un incident par exemple), un substrat témoin pourra être utilisé pour le prélèvement. Il en sera tenu compte dans le calcul de l'intervalle de confiance du résultat, sachant qu'une telle pratique augmente l'incertitude sur l'ensemble des résultats de la boîte concernée (voir annexe 1).

PESÉE APRÈS PRÉLÈVEMENT

Toutes les manipulations décrites ci-dessous seront effectuées avec précaution pour éviter de perdre les matières collectées.

OUVERTURE DES CASSETTES

- Vérifier la bonne fermeture des cassettes et noter les éventuels incidents. Dépoussiérer si nécessaire l'extérieur de la cassette.
- Dans le local de pesée, enlever les bouchons de chaque cassette.
- Les cassettes sont ensuite :
  - soit entrouvertes (filtre en fibre de quartz ou fibre de verre uniquement),
  - soit démontées à l'aide d'une pince adaptée (pince à embout plat). Si un tampon a été utilisé, le séparer du filtre avec un maximum de précautions afin de ne pas perdre de poussières collectées. Les filtres sont ensuite placés dans des boîtes de Pétri propres puis étuvés au moins 4 heures à environ 50°C (avant conditionnement).
- Laisser séjourner, dans le local de pesée, les cassettes entrouvertes ou les boîtes de Pétri pendant au moins 12 heures pour conditionner les filtres ou les capsules ou cassettes internes.
- Neutraliser ensuite les éventuelles charges électrostatiques développées en surface en passant le filtre ou la capsule sur un générateur d'ions. Cette phase n'est pas obligatoire en cas d'utilisation de filtres en fibre de quartz ou en fibre de verre.
  Se reporter à la fiche Métropol 085 en cas d'emploi du CIP10.

PESÉE

Procéder comme pour les pesées initiales (y compris en ce qui concerne la neutralisation des charges électrostatiques), en intercalant les pesées des substrats témoins et celles de substrats utilisés.

Remarque
Si une analyse complémentaire prenant en compte la partie captée de l'aérosol (c'est-à-dire avec les dépôts sur les parois) doit être effectuée, par exemple analyse des anions (cf. fiche Métropol 009) ou analyse des métaux (cf. fiche Métropol 003), replacer le filtre dans sa cassette d'origine, en ayant pris soin éventuellement d'écarter le tampon de cellulose. Dans le cas des capsules Accu-Caps, placer la capsule entière dans le récipient (identifié) où se fera la mise en solution. Dans le cas de l'analyse de métaux après un prélèvement au moyen d'une cassette IOM, l'utilisation de cassettes métalliques est à proscrire si la cassette doit être ensuite plongée dans les acides nécessaires à leur mise en solution.

EXPRESSION DES RÉSULTATS

CALCUL DE LA CONCENTRATION PONDÉRALE ATMOSPHÉRIQUE

Soient M_{ix} la masse initiale du x^e substrat utilisé,

M_{fx} la masse finale du x^e substrat utilisé,

T_{iy} la masse initiale du y^e substrat témoin,

T_{fy} la masse finale du y^e substrat témoin,

Δ la différence de masse d'un substrat entre la pesée initiale et la pesée finale (ΔM_x pour le x^e substrat utilisé et ΔT_y pour le y^e substrat témoin),

n nombre de substrats témoins utilisés (en général $n \geq 3$)

Calculer la variation de masse moyenne des témoins :

$$\overline{\Delta T} = \frac{1}{n}\sum_0^n \Delta T_y = \frac{1}{n}\sum_0^n \left(T_{fy} - T_{iy}\right).$$

La masse de particules Q_x (en mg) prélevé sur le substrat x est donnée par la formule :

$$Q_x = \Delta M_x - \overline{\Delta T}$$

La concentration pondérale de l'atmosphère prélevée C_p (en mg/m^3) est donnée par la formule :

$$C_p = \frac{Q_x}{V}$$

où V est le volume d'air prélevé exprimé en m^3.

Un exemple de détermination de l'intervalle de confiance est donné en annexe 1.

BIBLIOGRAPHIE

[1] NF X 43-257. Février 2008. Air des lieux de travail. Prélèvement d'aérosol à l'aide d'une cassette "fermée" (orifice 4 mm)". Paris-La Défense, AFNOR, 2008, 12 p.

[2] NF X 43-261. Août 1988. Air des lieux de travail. Prélèvement à poste fixe et mesurage de la pollution particulaire totale. Paris-La Défense, AFNOR, 1988, 9 p.

[3] NF X 43-259. Mai 1990. Air des lieux de travail. Prélèvement individuel ou à poste fixe de la fraction alvéolaire de la pollution particulaire. Méthode de séparation par cyclone 10 mm. Paris-La Défense, AFNOR, 1990, 15 p.

[4] NF ISO 15767 : Mars 2004 (idc NF X 43-266). Atmosphères des lieux de travail - Contrôle et caractérisation des erreurs de pesée des aérosols collectés. Saint-Denis La Plaine Cedex, AFNOR, 2004, 25 p.

[5] NF X 43-262. Octobre 1990. Air des lieux de travail. Détermination gravimétrique du dépôt alvéolaire de la pollution particulaire. Méthode de la coupelle rotative. Paris-La Défense, AFNOR, 1990, 12 p.

ANNEXE 1 INCERTITUDE SUR LA MESURE

CALCUL DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE SUR LA MASSE COLLECTÉE

- L'incertitude sur la masse d'aérosol collectée dépend de celle sur la pesée des substrats, ainsi que de celle sur la variation moyenne de masse des substrats témoins. Celle-ci est fonction, elle aussi, de l'incertitude sur la pesée mais aussi du nombre de témoins utilisés.
- Elle est estimée à partir de la variation de masse de séries de substrats témoins, traités en des jours différents, choisis afin de refléter les variations possibles de conditions climatiques. L'écart-type de ces données sert à déterminer les limites de détection, de quantification et l'incertitude de la méthode, après que les masses aient été corrigées de la variation de masse moyenne des témoins de la série de mesures considérée.
- Pour obtenir cet écart-type, répéter z fois (avec par exemple z = 4) les opérations suivantes, en essayant de se trouver dans des conditions climatiques différentes (température, pression et humidité relative) et représentatives des conditions de travail. Utiliser si possible des substrats d'un lot différent pour chacune de ces séries d'essai.:
  - Peser un certain nombre de substrats vierges (par exemple 6) issus d'un même lot (pesée initiale)
  - Répéter la pesée de ces mêmes substrats un autre jour (pesée finale)
  - Déterminer la variation de masse ΔT pour chacun de ces substrats, et la variance sb_i^2 (avec i variant de 1 à z) de ces variations de masse

Remarque
Vérifier que le nombre de séries de substrats retenu et le nombre de substrats dans chaque série assurent un nombre de degrés de liberté suffisant pour les calculs (par exemple 25 degrés de liberté pour cinq séries de 6 mesures).

- Calculer la moyenne s^2 des variances des z séries de mesures.
- Calculer la variance $s_Q{}^2$ de la masse collectée :

$$s_Q{}^2 = \left(1+\frac{1}{n}\right)s^2$$

où n est le nombre de témoins utilisés pour déterminer la variation de masse moyenne de la série de mesures considérée.

Remarque
Cette méthode de calcul est conforme à celle décrite dans la norme NF ISO 15767 dont la norme NF X 43-257 recommande l'emploi

- L'intervalle de confiance sur la masse est

$$[Q - k.\, s_Q,\ Q + k\,.\, s_Q\,]$$

où k est le facteur d'élargissement.
On prend en général k = 2 (voir. NF EN 482 :2006).

CALCUL DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE SUR LA CONCENTRATION PONDÉRALE ATMOSPHÉRIQUE

Soit $s_V{}^2$ la variance liée à la mesure du volume.
Si cette valeur n'est pas déterminée expérimentalement, la calculer en prenant par exemple :

$$\frac{s_V}{V} = 0{,}05 \text{ (écart-type relatif de 5 %)}$$

Calculer la variance $s_{Cp}{}^2$ de la concentration : $s_{Cp}^2 = \frac{1}{V^2}\left(s_Q^2 + C_p^2 \times s_V^2\right)$

L'intervalle de confiance sur la concentration pondérale atmosphérique est :

$$[C_p - k \times s_{Cp},\ C_P + k \times s_{Cp}]$$

en prenant pour k la même valeur qu'au paragraphe précédent.

Remarque
Ce calcul d'incertitude ne prend pas en compte les risques de perte de matière pendant le transport qui doivent être évalués (si le type d'échantillonneur le justifie) pour chaque couple substrat/type de poussière. Au cas où ce risque ne serait pas négligeable, il devrait être pris en compte dans le calcul .

EXEMPLES D'APPLICATION NUMÉRIQUE

Exemple 1
Détermination des limites de détection, de quantification et de l'incertitude à partir de la mesure de la variation de masse de 5 séries de 6 substrats en fibre de quartz *(25 degrés de liberté)*.

Tableau 1a
Éléments de calcul

Série de pesée	Écart de masse ΔT (masse finale - masse initiale) (µg)						Écart-type des témoins (s_b)	Variance des témoins (s_b^2)
1	-18	-22	-15	-6	-21	5	10	109,4
2	-5	-11	-4	-4	-2	-6	3	9,5
3	15	15	23	7	17	13	5	27,2
4	19	7	15	7	17	13	5	25,6
5	-13	-9	-13	-16	-15	-11	3	6,6
Variance moyenne (s^2)								**35,6**

Tableau 1b
Limites de détection, de quantification et incertitude

Nombre de témoins utilisés	Variance de la masse collectée (s_Q^2)	Limite de détection ($3 \times s_Q$, en µg)	Limite de quantification ($10 \times s_Q$, en µg)	Incertitude sur une pesée* ($2 \times s_Q$, en µg)
2	53	22	73	14,6
3	48	21	69	13,8
4	45	20	67	13,3
5	43	20	65	13,1

*Le facteur d'élargissement de 2 correspond approximativement à une probabilité de 95 %.

Exemple 2
Détermination des limites de détection, de quantification et de l'incertitude à partir de la mesure de la variation de masse de 12 séries de 3 substrats en fibre de quartz (24 degrés de liberté).

Remarque
Ce type de données peut provenir d'un relevé rétroactif de mesures de témoins.

Tableau 2a
Éléments de calcul

Série de pesée	Écart de masse ΔT (masse finale - masse initiale) (µg)			Écart-type des témoins (s_b)	Variance des témoins (s_b^2)
1	-1	-1	-6	3	8,3
2	22	21	20	1	1,0
3	36	57	57	12	147,0
4	7	6	8	1	1,0
5	10	9	6	2	4,3
6	4	6	10	3	9,3
7	11	7	10	2	4,3
8	46	24	45	12	154,3
9	-5	14	9	10	97,0
10	-50	-65	-50	9	75,0
11	-92	-67	-94	15	226,3
12	3	-31	-34	21	422,3
Variance moyenne (s^2)					**95,9**

Tableau 2
Limites de détection, de quantification et incertitude

Nombre de témoins utilisés	Variance de la masse collectée (s_Q^2)	Limite de détection ($3 \times s_Q$, en µg)	Limite de quantification ($10 \times s_Q$, en µg)	Incertitude sur une pesée* ($2 \times s_Q$, en µg)
2	144	36	120	24,0
3	128	34	113	22,6
4	120	33	109	21,9
5	115	32	107	21,5

*Le facteur d'élargissement de 2 correspond approximativement à une probabilité de 95 %.

ANNEXE 2 CARACTÉRISTIQUES DES FILTRES

À titre d'information, on trouvera dans le tableau 1 les ordres de grandeur de certaines caractéristiques de filtres utilisables. La limite de détection indiquée correspond à une détermination de masse de matière collectée (impliquant donc deux pesées), sur la base de trois filtres témoins[(1) (2)]

La rétention maximale R désigne la densité surfacique de matière collectée sur un filtre, qu'il est recommandé de ne pas dépasser si l'on veut limiter les pertes de matière par choc, pendant le transport par exemple. Ces valeurs correspondent à un dépôt relativement homogène. Elles peuvent être dépassées si les filtres sont manipulés avec beaucoup de précautions ou s'ils sont placés dans des capsules ou cassettes internes ; cependant leur colmatage progressif peut devenir alors un phénomène limitatif.

Tableau 1
Ordres de grandeur de certaines caractéristiques liées aux substrats

Type de substrat	Membrane polycarbonate	Membrane en acétate ou en mélange d'esters de cellulose	Membranes en PVC	Filtres en microfibres de verre ou de quartz	Capsules soudées à une membrane en mélange d'esters de cellulose	Coupelles de CIP10 avec mousse
Limite de détection* (µg)			14-20**	9-63**	45-113**	81-275**
R (mg/cm²)	0,5	1	1	3	>> 1	

*Calculée selon la norme NF ISO 15767, avec 24 ou 25 degrés de liberté

**Minimum - maximum de séries d'essais réalisés dans plusieurs laboratoires disposant d'équipements différents, à des moments différents, sur des lots de substrats différents

---

(1)Limite de détection = $3 \times \sqrt{\sigma(1+\frac{1}{3})}$, avec σ = écart-type moyen des séries de pesées ayant servi à le déterminer.

(2)Voir NF ISO 15767

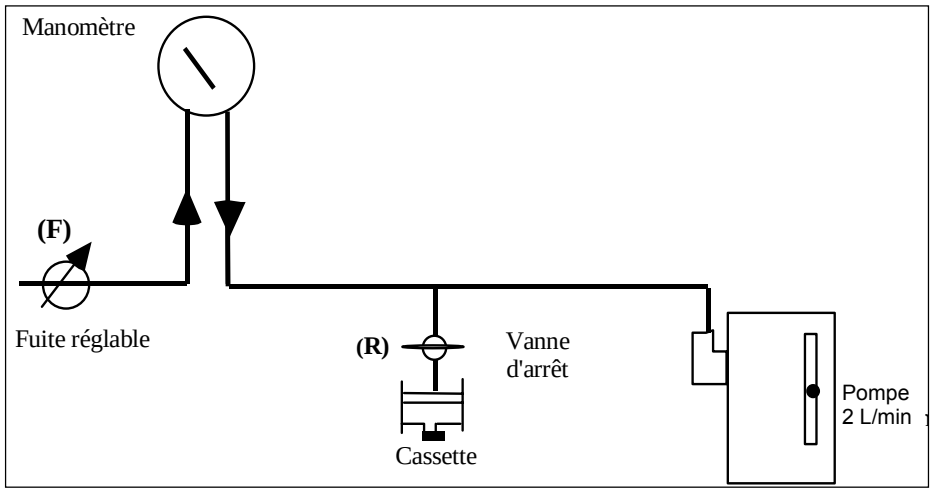
ANNEXE 3 VÉRIFICATION DE L'ÉTANCHÉITÉ DES CASSETTES (procédures conseillées)

Plusieurs méthodes peuvent être employées pour vérifier l'étanchéité des cassettes (équipées ou non de capsules internes) à la fin de leur préparation. (Voir remarque importante à la fin de cette annexe.)

Méthode 1

Pour les filtres avec une faible perte de charge (par exemple filtres en fibre de verre ou de quartz)

- Réaliser par exemple le montage suivant.



- Régler la pompe à environ 2 L/min. Le robinet (R) étant fermé, régler à l'aide de la vis de fuite (F) la dépression à environ 50 cm de colonne d'eau. Bien repérer la position de l'aiguille du manomètre. Brancher au robinet (R), par son orifice inférieur une cassette munie de son bouchon supérieur.
- Ouvrir le robinet (R). La dépression chute, puis remonte. Lorsque le dispositif est revenu à l'équilibre, la position de l'aiguille du manomètre devra être la même que lorsque le robinet (R) est fermé.
- Noter le résultat du contrôle.

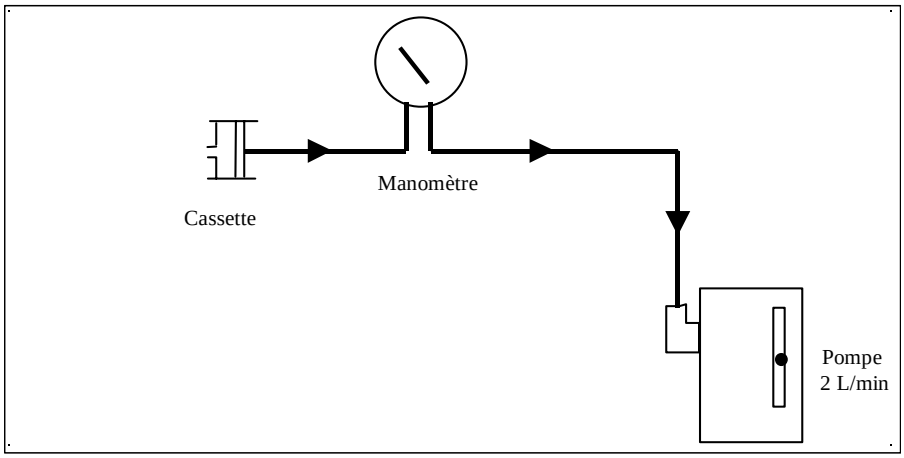
On peut également utiliser un montage correspondant aux photos ci-dessous.

- Dans ce cas un léger vide est appliqué à l'aide d'une pompe manuelle et l'indication du manomètre est repérée.
- S'il y a un défaut d'étanchéité de la cassette, la dépression diminue rapidement. Dans ce cas, il faut alors comprimer la cassette une nouvelle fois et recommencer la vérification. Ecarter la cassette si le résultat n'est toujours pas satisfaisant.

Méthode 2

Pour les filtres avec une perte de charges notable (membranes par exemple)

- Réaliser le montage suivant sous hotte à flux laminaire :



- A l'aide d'un tuyau souple relier l'orifice bas de la cassette à l'entrée du manomètre.
- Appliquer une dépression à l'aide d'une pompe réglée à un débit de 2 L/min. Attendre la stabilisation du manomètre.
- Pour chaque cassette de la boîte, relever la dépression induite (perte de charge).
  Cette dépression peut varier en fonction de la nature, du diamètre et du poids du filtre. Les seuils d'alerte doivent être déterminés par chaque laboratoire avec son propre matériel pour chaque type de filtre.
  - Si la dépression est trop faible, l'étanchéité est mauvaise, il faut alors comprimer la cassette une nouvelle fois et vérifier la dépression. Si celle-ci reste trop faible, changer la cassette.
  - Si la dépression est trop forte, le filtre doit être remplacé (il ne s'agit pas alors d'un problème d'étanchéité, mais une perte de charge trop importante entraînerait un risque de dysfonctionnement de la pompe).

Remarque
La méthode 3 peut être utilisée pour établir les valeurs seuil à retenir lorsqu'on souhaite utiliser en routine la méthode 2.

Méthode 3

Pour tous types de filtres [3],

La méthode de vérification à mettre en place pour s'assurer de l'absence de fuites dans ce cas est particulièrement simple, mais nécessite l'emploi d'un analyseur de particules à lecture directe (Compteur optique ou compteur à noyau de condensation par exemple) . Il suffit alors de s'assurer que le nombre de particules mesurées dans l'air ambiant chute de façon radicale lorsque l'air de la pièce dans laquelle est effectué le contrôle traverse la cassette à tester.

- Relier la cassette à un dispositif de comptage de particules (compteur optique de particules, compteur à noyau de condensation, etc.).
- Comparer la mesure obtenue après stabilisation de la lecture à celle obtenue sans cassette (mesures successives ou simultanée en fonction du type d'appareil utilisé).

Remarque importante :

La méthode de vérification proposée dans la première méthode ne permet pas de s'assurer de l'absence de fuites à l'intérieur de la cassette. Ces fuites (voir figure ci-dessous), décrites dans plusieurs publications [1], [2] ainsi que dans un des chapitres théoriques du manuel de méthodes

analytiques du NIOSH (NMAM) [3], peuvent entraîner des erreurs pouvant atteindre plusieurs dizaines de pour cent sur les résultats des prélèvements. Les méthodes 2 et 3 permettent de les mettre en évidence.

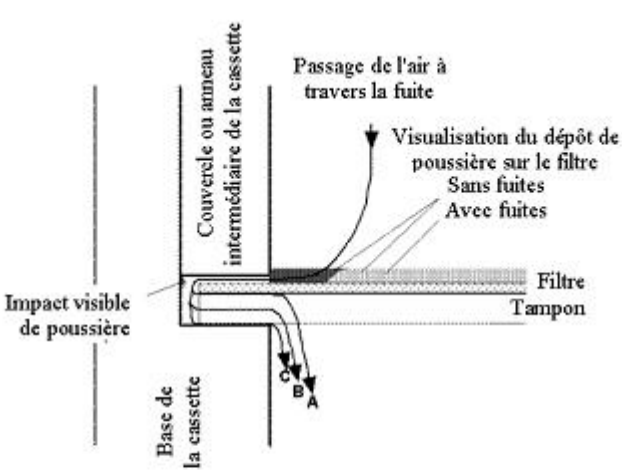


Figure 1
Zone de serrage d'une cassette "fermée" montrant le trajet de l'air à travers les fuites. Quand des fuites se produisent, l'observation du dépôt de poussière indique la perte de matière près du bord du filtre. Une partie de la matière perdue se retrouve sur les parois de la cassette. En fonction des dépôts de poussières sur le tampon, le trajet de l'air apparaî comme une combinaison des trajets A, B et C.

[1] P.A. BARON, A. KHANINA, A.B. MARTINEZ, S.A. GRINSHPUN – Investigation of Filter Bypass Leakage and a Test for Aerosol Sampling Cassettes. *Aerosol Sci. Technol.,* 36, 857-865. (2002)

[2] P.A. BARON. Using a Filter Bypass Leakage Test for Aerosol Sampling Cassettes. *Applied Occupational and Environmental Hygiene*. Volume 17(9): 593–597 (2002)

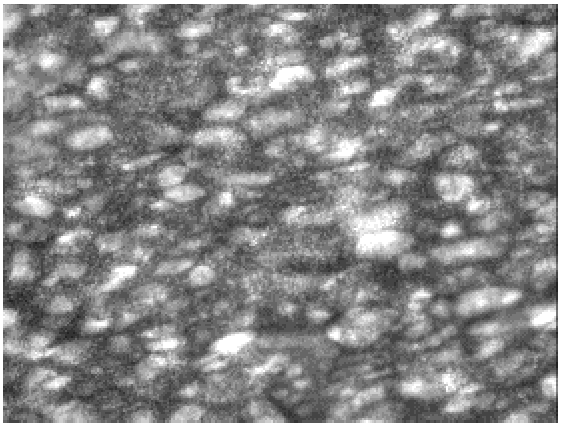
[3] P.A. BARON. Aerosol sampling: Minimizing particle loss from cassette bypass. *NMAM* Chapter N. (2003)

ANNEXE 4 REPÉRAGE DE LA FACE RUGUEUSE (MATE) DES FILTRES PVC DANS LE CAS D'UNE DÉTERMINATION GRAVIMÉTRIQUE SUIVIE D'UNE ANALYSE PAR DIFFRACTION X

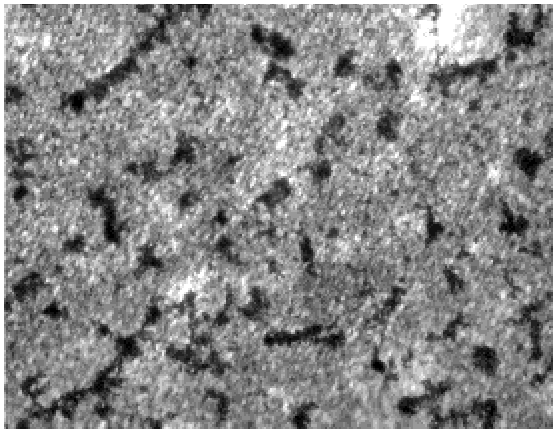
Lorsque la détermination gravimétrique doit être suivie de l'analyse de la "Silice cristalline" (Voir fiche 049), les filtres doivent être montés dans les échantillonneurs de façon à permettre cette analyse ultérieure.

- Tous les filtres en PVC présentent une face lisse et une face mate (plus irrégulière). Afin d'éviter une orientation préférentielle des particules sur le filtre, les prélèvements devront être réalisés en exposant la face mate du filtre aux poussières. Un repérage est donc nécessaire avant la préparation des cassettes porte-filtre.
- Selon la marque de filtres utilisée, faire un repérage directement à l'œil nu ou si la différence entre les deux faces est difficilement perceptible, utiliser une autre technique, par exemple une observation au microscope optique (voir photos A et B ci-dessous) ou une métallisation suivie d'une observation au microscope électronique (voir photos C et D) d'un des filtres de chaque pile de filtres utilisés (les filtres étant généralement orientés de façon uniforme à l'intérieur des piles de filtres dans leur emballage d'origine) .

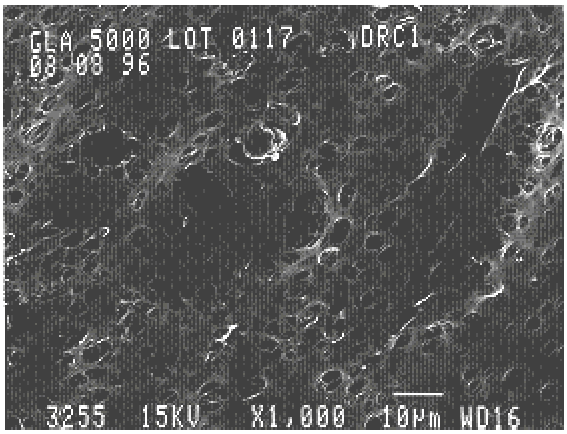
Exemple de repérage des faces d'un filtre PVC par microscopie optique



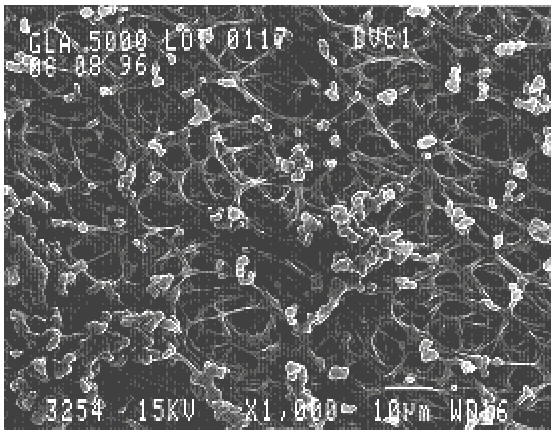
A : Face lisse



B : Face mate



C : Face lisse



D : Face mate

HISTORIQUE

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version	Paragraphes concernés
002		Création + mises à jour	
002/V01	28/03/2008	Nouvelle présentation - Modification du titre (la méthode s'applique dorénavant à toute pesée). - Modification du débit pour la fraction collectée (2L/min au lieu de 1 L/min). - Introduction de plusieurs types d'échantillonneurs, y compris le CIP10. - Modification de la méthode de calcul de l'incertitude sur la pesée et des limites de détection et de quantification. - Ajout de (caractéristiques des filtres). - Ajout d'une méthode de détection des fuites et précisions pour l'emploi des autres - Simplification de l'Annexe relative au repérage de la face rugueuse ("mate") des filtres - Nombreuses modifications rédactionnelles Création de l'historique	- Titre - Partout - Partout - Annexe 1 - Annexe 2 - Annexe 3 - Annexe 4 - Partout
002/V01.01	04/03/2009	Pour plus de clarté, introduction des termes "Méthode 1", "Méthode 2" et "Méthode 3" devant chacune des méthodes citées dans l'annexe 3. Dès le début de cette annexe, renvoi à la "remarque importante" placée à la fin de celle-ci pour la mettre en évidence	- Annexe 3
002/V01.02	18/05/2009	Correction d'un erreur typographique relative au numéro de la norme ISO citée en note de bas de page numéro 2 de l'Annexe 2 (ISO 15767 et non pas ISO 15657	- Annexe 2